(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

# 第2780045号

(45)発行日 平成10年(1998) 7月23日

(24) 登録日 平成10年(1998) 5月15日

(51) Int.Cl.6

識別記号

G01N 25/68

FΙ

G01N 25/68

Α

請求項の数10(全 7 頁)

(21)出願番号 特願平1-139354

(22)出顧日

平成1年(1989)6月2日

(65)公開番号

特開平2-27247

(43)公開日

平成2年(1990)1月30日

審查請求日

平成8年(1996)4月12日

(31)優先権主張番号 02130/88-7

(32)優先日

1988年6月3日

(33)優先権主張国

スイス (CH)

(73)特許権者 999999999

アルトウール・ムッター

スイス国、ウエッティンゲン、ゼミナー

ル ストラーセ、55

(72)発明者 アルトウール・ムッター

スイス国、ウエッティンゲン、ゼミナー

ル ストラーセ、55

(74)代理人 弁理士 江崎 光史

> 審査官 野村 伸維

(58) 調査した分野 (Int.Cl. DB名) G01N 25/00 - 25/72 **JICST** 

#### (54)【発明の名称】 湿ったガスの露点計測方法および該方法を実施するための装置

# (57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】露点鏡で反射した光線によって、湿った被 測定ガスの露点を計測する方法において、-50℃~-95 ℃のような低い露点の計測の際に、被測定ガスよりも水 含有量の多いガスを露点鏡(3)に短時間供給し、それ によって露点鏡(3)に初期露層を発生させることを特 徴とする、湿ったガスの露点計測方法。

【請求項2】被測定ガスの露点の温度よりも低い、予め 選択した温度に達したときに、被測定ガスよりも水含有 **量の多いガスを自動的に露点鏡に供給することを特徴と** する、請求項1記載の湿ったガスの露点計測方法。

【請求項3】被測定ガスと、被測定ガスよりも水含有量 の多いガスが、合流する圧力管(22',23)を経て、露 点鏡に供給され、この露点鏡から排出されることを特徴 とする、請求項1または請求項2記載の湿ったガスの露

点計測方法。

【請求項4】-50℃~-95℃のような低い露点の計測の 際に、被測定ガスよりも水含有量の多いガスを露点鏡

- (3) に短時間供給し、それによって露点鏡(3) に初 期露層を発生させる、露点鏡で反射した光線によって湿 った被測点ガスの露点を計測する方法を実施するための 装置において、被測定ガスの供給管(22)に、ガス弁
- (24) が設けられ、注入ポンプ(25) と加湿ユニット
- (26) がガス弁(24) の手前に接続されていることを特 徴とする装置。

【請求項5】加湿ユニット(26)が圧力管(23)を介し て、露点鏡から被測定ガスを排出する管(22')に直接 接続されていることを特徴とする、請求項4記載の装 置。

【請求項6】注入ポンプ(25)がピストン弁ポンプであ

2

3

ることを特徴とする、請求項4または請求項5記載の装置。

【請求項7】ガス弁(24)がニードル弁と逆止弁からなっていることを特徴とする、請求項4記載の装置。

【請求項8】加湿ユニット(26)がT字状のケーシングを備え、このケーシング内に、蒸留水を溜めた多孔体(34)が設けられていることを特徴とする、請求項4または5記載の装置。

【請求項9】加湿ユニット(26') が吸湿性の管(40) からなっていることを特徴とする、請求項4記載の装置。

【請求項10】管(40) がらせん形であり、かつポリア ミドからなっていることを特徴とする、請求項9記載の 注册

# 【発明の詳細な説明】

# 〔産業上の利用分野〕

本発明は、鏡で反射する光線によって湿ったガスの露点を計測する方法と、この方法を実施するための装置に 関する。

# [従来の技術とその問題点]

公知の露点計は例えば、スイス国5430ウェッティンゲン、MBW ELEKTRONIK AG社の1986年12月発行の操作手引 書K-1806に記載されている。

露点計測は冷却された鏡の原理に従って行われる。この鏡は、それに露または霜が形成されるまで、ペルティエ素子によって冷却される。冷却出力は、一定の露層または霜層が生じる温度に達するように、光学装置からの信号によって調節される。すなわち、先ず露点の下方の温度まで冷却されるので、少し厚すぎる露層または霜層が鏡上に形成され、そして露点に達するまで冷却出力が 30徐々に低減される。

水含有量の少ない湿ったガスの露点計測時には、凝縮蒸気が鏡上で見えるまで、非常に時間がかかるという問題がある。

この不満足な状態はずっと以前から知られているが、 水含有量の少ない湿ったガスの場合の露発生時間または 計測時間を短縮するための実用可能な解決策は、現在で はまだ知られていない。

#### 〔発明の課題〕

本発明の課題は、水含有量の少ない湿ったガスの測定 40 が大幅に短縮されるように、公知の露点計測方法と装置 を改良することである。それによって特に、プロセス技術における露点計の使用時の中断や妨害されない作業が保証される。

# 〔課題を解決するための手段〕

この課題は上記の方法において、-50℃~-95℃のような低い露点の計測の際に、被測定ガスよりも水含有量の多いガスを露点鏡に短時間供給し、それによって露点鏡に初期露層を発生することによって解決される。

冷却される露点鏡を備えた露点計の場合の装置は、被 50

測定ガスの供給管に、ガス弁が設けられ、注入ポンプと 加湿ユニットがガス弁の手前に接続されている。

### [発明の作用効果]

本発明は、水層、すなわち露層または霜層を鏡上に形成するために、多くの水分子が必要であるという重要な認識に基づいている。特に、鏡表面と水分子の間に付着力および結合力が作用しなければならない。蒸気凝縮物を見えるほど鏡に形成するために、余剰の水分子が短時間必要である。これは、多量の水含有量を有する少量のガスを被測定ガスの供給管内に短時間入れることによって達成される。鏡表面上の初期の余剰水、すなわち露層または霜層はまもなく、鏡上を連続して流れる、水含有量の少ない被測定ガス内に蒸発する。水の薄い表面フィルムまたは単一分子層が鏡表面に留まるので、被測定ガスのそれ以降の凝縮が非常に加速される。

#### 〔他の発明とその作用効果〕

本発明による方法の場合には、被測定ガスの露点の温度よりも低い、予め選択した温度に達したときに、被測定ガスよりも水含有量の多いガスを自動的に露点鏡に供給することが好ましい。

被測定ガスと、被測定ガスよりも水含有量の多いガス は好ましくは、合流する圧力管を経て、露点鏡に供給され、この露点鏡から排出される。

方法を実施するための本発明による装置の場合特に、 加湿ユニットは圧力管を介して、露点鏡から被測定ガス を排出する管に直接接続されるように形成されている。

これは、余剰の水が測定に使用された被測定ガスに混合され、その際ガス流が中断およびまたは妨害されないという利点がある。

更に、注入ポンプは好ましくは、圧力に耐えるケーシング内に設けられた容積形ポンプ、特にピストン弁ポンプからなっている。

この構造は、大気圧の場合にも大気圧よりも高い圧力 の場合でも、ポンプを使用可能であるという利点があ る。

ガス弁としては、ニードル弁と逆止弁からなる装置が 有効であることが実証された。

加湿ユニットは好ましくは、T字状のケーシングを備え、このケーシング内に、蒸留水を溜めた多孔体が設けられている。

非常に簡単な加湿ユニットは吸湿性の管、好ましくは 合成樹脂製の管からなっている。この管は、大気から浸 透(拡散)によって内部に達する水分子を被測定ガスに 混合する。そのためには、メンテナンスが全く不要の市 販のホースが有効であることが実証された。

#### 〔実施例〕

他の効果は以下の記載から明らかになる。以下の記載 においては、図に示した実施例に基づいて本発明を詳し く説明する。

第1図に略示した露点計は測定ヘッド1を備えてい

4

る。この測定ヘッドは、露点鏡3の低温側にペルティエ 素子2を含んでいる。この露点鏡内には温度測定プロー ブ(温度センサ) 4が組み込まれている。露点鏡3は測 定ヘッドランプ5によって照明され、そして反射した光 はフォトレジスタ (光電管) 6によって測定される。ペ ルティエ素子2の廃熱は水冷器7とこの水冷器7を補助 するファン8とによって搬出される。水冷器7とファン 8は冷却水回路9に接続されている。冷却水供給は水弁 10によって調節される、水冷器7とファン8の代わり に、フロン冷却器を設けてもよい。このような冷却器は +80℃~-95℃の有効範囲を有し、冷却水と無関係であ るという付加的な利点がある。大気温度よりも高い露点 を測定できるようにするために、露点鏡3に加熱装置11 が付設されている。電源部12は変圧器と順変換装置とか らなり、ペルティエ素子2のための必要な電流と、測定 ヘッドランプ5と他の電子要素のための電源電圧とを供 給する。ランプ安定器13は電源部12に直接接続され、測 定ヘッドランプ5の電源電圧を非常に正確に安定化す る。それによって、ランプ5の輝度差が測定結果に不利 な影響を及ぼすことがない。ランプ安定器13に接続され

信号ランプ19を組み込んだ鏡表示器18、例えば可動コイル計器は、露点鏡3から反射した光量を表示する。露点鏡3が鏡制御ユニット17によって自動的に加熱されると、信号ランプ19が光る。その際、逆に作動するペルティエ素子2によって加熱が行なわれる。それによって、露点鏡3は露層または霜層から定期的に解放される。なぜなら、測定ガス中の留出異物が測定結果を不正確にする不所望な凝縮物を露点鏡3に生じるからである。このインターバル回路は公知のごとく、予めプログラムされ、普通の測定に影響を与えない。

た他の安定器14は、後続のペルティエ調整器15、温度測

定信号増幅器16および自動式鏡制御ユニット17に対し

て、必要な直流の補助電圧を供給する。

デジタル表示器20は温度測定信号増幅器16によって検出された温度を表示し、自動式鏡制御ユニット17に接続されている。この制御ユニットは、露点鏡3の加熱時に露点測定の結果を維持できるようにする。

最終増幅段21は電源部12に直接接続され、必要な電流 をペルティエ素子2に供給する。

測定ガスは、圧力管からなる入口Iと出口Oを有する 測定ガス回路22,22′を経て、露点鏡3に供給排出され る。同様に圧力管からなる副回路23内に、前記露点鏡と 平行に、ガス弁24、注入ポンプ(噴射ポンプ)25および 加湿ユニット26が設けられている。これらは直列に接続 されている。ガス弁24は市販のニードル弁(カナダ、オ ンタリオ州のGrawford Fitting社の商標Swagelok)と、 その手前に接続された市販の逆止弁である。注入ポンプ 25は西独国8940メミンゲンのHelmut Brey GmbH+Co.KG 社の製品シリーズG-07吸引ー吐出式ポンプ、容積形の ピストン弁式(スライド式)ポンプである(カタログBO 6

9/85-2参照)。 髙圧の用途のために髙圧ポンプが使用 される (スイス国5430ウェッティンゲン、MBW ELEKTRON IK AC社の1985年2月カタログ参照)。測定ガスの最高 圧力はこの高圧ポンプによって200バールである。加湿 ユニット26は第3図に示すように、実質的に、T字形の 微細フィルタのように構成され、アルミニウム合金から なっている(スイス国5430ウェッティンゲン、MBW ELEK TRONIK AG社の1985年5月発行のTyp MFB、操作手引書K -1806の第21頁参照)。この加湿ユニット26の詳細は、 水平なめねじ29を備えたフィルタヘッド30を示す第3図 から推察可能である。円筒容器32はその縁側のねじ32' がフィルタヘッドのねじ30′にねじ込まれている。容器 32はO-リング31によってシールされている。容器の内 部には、ガスを通す支持コアを33が設けられている。こ の支持コアには多孔体34が装着されている(ホウケイ酸 塩繊維からなる市販のフィルタカートリッジ)。 この多 孔体はインサート35とねじ付栓36によって保持され、中 心に位置決めされている。

注入のために少量の水が多孔体34内に供給される。この多孔体は二三ケ月の間隔で蒸留水で湿らして再び組み込まれる。

注入ポンプ25は、予め選定された温度に達するや否や、自動式鏡制御ユニット17によって制御される。この温度は測定すべき露点よりも低い。そして、水含有量の多い約5cm³のガスがガス弁24を経て測定ガス回路22に注入される。それによって、露点鏡3が露または霜によって直接被覆される。前述のように、余剰の水分子は測定ガスによってすぐに吸収される。この測定ガスは非常に少ない水含有量、すなわち178K~223Kの露点に相応して0.04ppm~約38ppmの水含有量を有する。測定ガスは普通の圧力の場合には、20~40/hの速流で露点鏡3に沿って案内される。

予め選定した温度は、もし可能であれば、期待される 露点よりも約10℃低くする。それによって、正しい時間 に、充分な厚さの初期露層が露点鏡3上に形成される。 ほとんどの場合は、期待される露点よりも10℃~20℃低 い予定温度で注入が行われる。しかし、非常に低い露点 が期待されるときには、再も低い鏡温度、すなわち178K (-95℃に対応する)で注入が行われる。

第2a図と第2b図には、水含有量の多いガスを注入した場合と注入しない場合の二つの異なる測定と、その結果生じる異なる露発生時間を示している。その際、横座標には温度Tが絶対温度Kで記入され、縦座標には時間 tが時間 (h) で記入してある。233Kの幅の広い線Fはフロン予冷却器の温度を示している。このフロン予冷却器はここでは、水冷器7と補助作用をするファン8の代わりに使用された。フロン予冷却器は温度安定性が高く、非常に正確な測定を可能にする。

第2a図のグラフIは、上記方法のガス注入による、18 5Kの露点を有するガスの露発生時間を示している。曲線 7

IIは従来の方法による同じガスの露点計測を示している。

このグラフから、新しい方法による測定が1.5時間未満で達成されるのに対して、従来の方法による測定は約11.5時間必要とすることが判る。

第2b図のグラフIIIは、湿潤ガス注入による、露点が200Kの第2のガスの露発生時間を示し、曲線IVは前記注入を行わない露点計測を示している。この場合にも、新しい方法による測定は45分で終了するが、従来の方法による測定は約6時間かかる。

グラフに示した温度経過の一時的な減少は、それ自体 公知の自動的な鏡洗浄の結果である。

第3図に示した前記の加湿装置の代りに、実際に有利な装置26′を使用することができる。この装置は第4図に示した、吸湿性のポリアミドからなるらせん状の管40を備えている。

大気中の湿分は管40の壁を浸透する。管はその表面積を拡大するため、らせん形に巻かれている。管は流過するガスを充分に湿らせる。

伸長長さが1200mmで、内径が4mmで、外径が6mmのエルタロン(Ertalon)(ベルギー国、TieletのErta社のポリアミドの商標)からなる管40が有効であることが実証された。管の端側には、図示していない切断リングを備えたねじ継手41が装着されている。管のらせん形はアルミニウム本体に巻きつけて2時間120℃に加熱することにより簡単に得られる。

本発明の対象物は特に連続的な露点計測と監視に有効であることが実証された。

加湿装置26は定期的な保守を必要として、何箇月も使

用しない場合には、バクテリアが生じる。これに対して、加湿装置26分は全くメンテナンスフリーであり、測定すべきガスが汚れる危険がない。

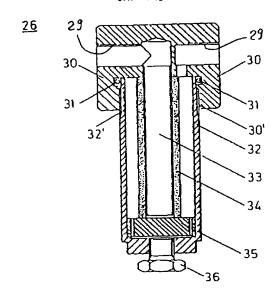
8

# 【図面の簡単な説明】

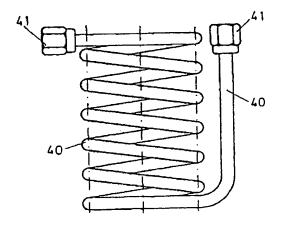
第1図は露点計のブロック線図、第2a図は付加的に加湿した第1ガスの場合の露発生時間の測定を、加湿しない場合と比較して示す図、第2b図は第2ガスの場合の、第2a図と同様な測定を示す図、第3図は水留めを有するT字形加湿ユニットを示す図、第4図は外部の補助手段なしに加湿するためのらせん形管を示す図である。

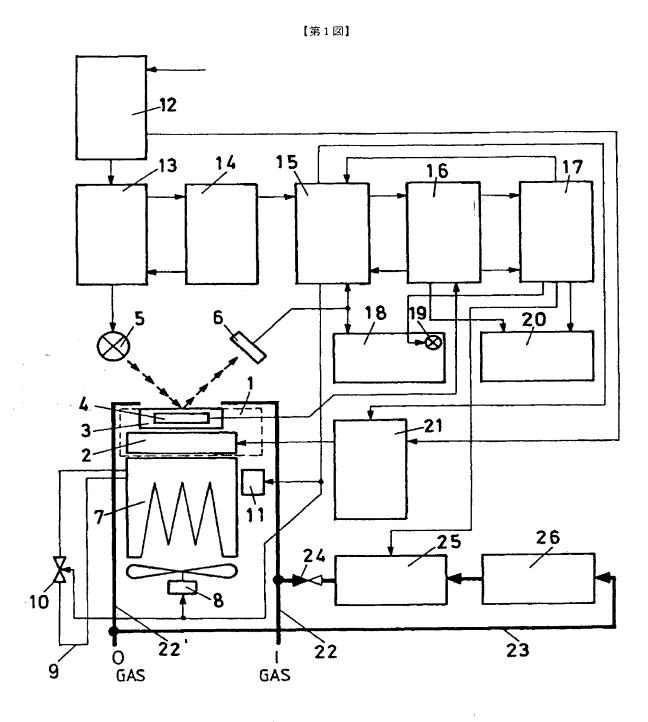
1……測定ヘッド、2……ペルティエ素子、3……露点 鏡、4……温度プローブ、5……測定ヘッドランプ、6 ……フォトレジスタ、7……水冷却器、8……ファン、 9 ……冷却水回路、10……水弁、11……加熱装置、12… …電源部、13……ランプ安定器、14……他の安定器、15 ……ペルティエ調整器、16……温度測定信号増幅器、17 ……自動式鏡制御ユニット、18……鏡表示器、19……信 号ランプ、20……デジタル表示器、21……最終増幅器、 22,22' ……測定ガス回路、23……副回路、24……ガス 弁、25……注入ポンプ、26……加湿ユニット、26′…… 加湿装置、29……フィルタヘッド内の管ねじ、30……フ ィルタヘッド、30′……フィルタヘッド内のねじ、31… …O-リング、32……円筒状容器、32' ……円筒状容器 のねじ、33……支持体コア、34……多孔体、35……イン サート、36……ねじ付栓、40……管、41……ねじ継手、 I,II,III,IV……測定曲線、I……測定ガス回路22の入 口、O……測定ガス回路22′の出口、F……フロン予冷 却器の温度

【第3図】

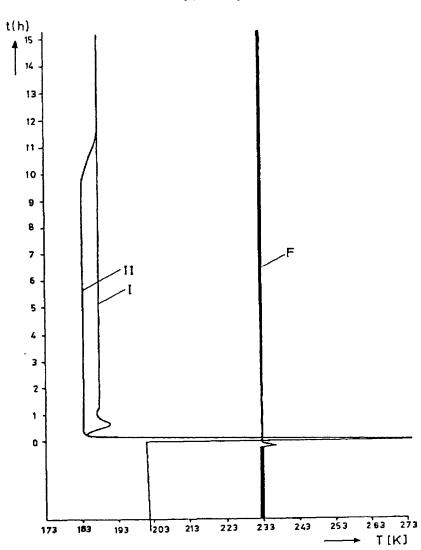


【第4図】

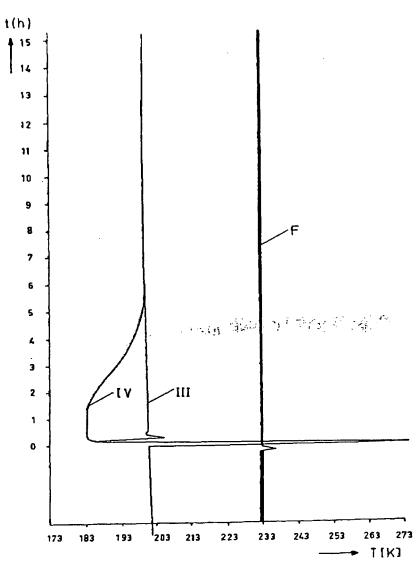












THIS PAGE BLANK (USPTO)